

**Universidade de Lisboa
Faculdade de Ciências
Departamento de Química e Bioquímica**



**Desenvolvimento de espumas de um
componente (OCF) “verdes” com resistência
melhorada ao fogo e à chama**

Alexandra Peres de Oliveira

**Dissertação
Mestrado em Química Tecnológica**

2013

**Universidade de Lisboa
Faculdade de Ciências
Departamento de Química e Bioquímica**



**Desenvolvimento de espumas de um
componente (OCF) “verdes” com resistência
melhorada ao fogo e à chama**

Alexandra Peres de Oliveira

Dissertação

Mestrado em Química Tecnológica

Orientadores:

Prof^a. Doutora Maria José Lourenço (DQB/FCUL)

Doutor Moisés Luzia Pinto (Greenseal Research)

2013

Agradecimentos

Gostaria de agradecer ao meus orientadores, Dr. Moisés Pinto e Professora Maria José Lourenço pela disponibilidade demonstrada desde o início e por incansavelmente me terem assistido em todas as fases desta dissertação, desde a sua conceção até à sua finalização, pelas ideias, sugestões, indicações e correções.

Gostaria também de agradecer a toda a equipa da Greenseal Research, Helena Dias, Sandro Matos e Miguel Dinis, que me ensinaram tudo o que sei sobre espumas de poliuretano.

Agradeço também à minha colega de curso e de estágio Elena Niculita, que foi uma grande ajuda no laboratório durante o período de estágio e uma pessoa em quem pude confiar fora dele.

Ao Professor João Carlos Bordado por tornar possível a realização das análises de DSC, à Professora Rosário Ribeiro por todos os esclarecimentos sobre estas análises e ao Pedro Alua e Ana Elisa Ferreira pelo acompanhamento durante a execução destes ensaios.

Quero agradecer à minha família, em especial à minha mãe, ao meu pai e às minhas irmãs Joana e Catarina, pela ajuda e apoios constantes, que começaram desde cedo e que vão para além do meu percurso académico, pelas orientações, pela compreensão, pela paciência e pelos bons conselhos.

Ao meu namorado, Bruno Luís, pelo carinho, paciência, apoio e força constante, nos melhores e piores momentos.

Ao meu excelente colega e amigo Denis Rodrigues, pela amizade e confiança, pela ajuda e suporte durante a realização deste trabalho.

Resumo

Desenvolveram-se espumas de poliuretano de um componente (OCF) com resistência melhorada ao fogo e à chama, (classificadas como B2 de acordo com a norma DIN 4102-parte 1), para serem eventualmente aplicadas em isolamento térmico.

Foram estudados diferentes retardantes de chama. Obtiveram-se espumas com classificação B2 de acordo com a norma anteriormente referida, concluindo-se que o sucesso da resistência à chama está relacionado com a combinação de mecanismos de combustão e propagação de chama, em fase gasosa e em fase condensada.

Verificou-se também que as espumas otimizadas apresentaram diferente comportamento térmico, causado por diferenças de mobilidade segmentar na região amorfa do polímero.

A formulação das espumas produzidas foi continuamente otimizada, de forma a poderem ser utilizadas para a aplicação pretendida. Para proceder a esta otimização recorreu-se à determinação de algumas propriedades das espumas, entre elas o aspeto visual e a densidade. Foram também estimados o caudal de saída das espumas do interior das latas de aerossol e foram realizados testes de resistência à chama de acordo com a norma DIN 4102.

As formulações otimizadas foram submetidas a análises de HPLC, verificando-se que possuem um conteúdo de MDI monomérico livre inferior a 1%, cumprindo a lei europeia de segurança de produtos químicos e poderem ser comercializadas.

Palavras-chave: Poliuretano, Espuma de um componente, Retardante de chama, DIN 4102, Isolamento térmico

Abstract

One component polyurethane foams (OCF) with improved resistance to fire and flame, were developed (classified as B2 according to standard DIN 4102-part 1) to be eventually applied in thermal insulation.

Different flame retardants have been studied. Several formulations achieved the B2 rating according to DIN4102 standard. The success of flame resistance was concluded, to be related with the combination of mechanisms of combustion and flame propagation both in gas phase and condensed phase. It was also found that the optimum foams had different thermal behavior caused by differences in the segmental mobility of the amorphous region of the polymer.

The obtained foam formulations were continuously optimized, in order to make them operational for the intended purpose. In order to optimize these foam formulations, some properties of the foams were studied: visual appearance and density. It was also studied the output from the can of the foam formulations. The fire resistances tests were evaluated in accordance with DIN 4102.

The optimized formulations were analyzed by HPLC, confirming that the optimized formulations have a free monomeric MDI content of less than 1%, complying with European safety law of chemicals and thus can be introduced in the market.

Key- words: Polyurethane, One component foam, Flame retardant, DIN 4102, Thermal insulation

Glossário de abreviaturas

COVs- Compostos Orgânicos Voláteis

CFCs-Clorofluorocarbonetos

DBTL- Dilaurato de dibutilestanho

DME- Dimetiléter

DNT- Dinitrotolueno

DSC- Calorimetria diferencial de varrimento (*Differential scanning calorimetry*)

EX 550-X- Formulações relativas ao estudo do retardante de chama designado por Exolit OP 550

EX 550+ Hoopol X- Formulações relativas ao estudo do retardante de chama designado por Exolit OP 550 e Hoopol F-1395-P

EX 550+ Hoopol+ FR- 1/2- Formulações relativas ao estudo do retardante de chama designado por Exolit OP 550, Hoopol F-1395-P e FR-513

EX 550+ Hoopol+ FR 1/3- Formulações relativas ao estudo do retardante de chama designado por Exolit OP 550, Hoopol F-1395-P e FR-513

EX 560-X- Formulações relativas ao estudo do retardante de chama designado por Exolit OP 560

f- Funcionalidade

HPLC– Cromatografia líquida de alta eficiência (*High Performance Liquid Chromatography*)

JMP- *jmp Statistical Discovery*TM

MDA- 4,4'-diaminadifenilmetano

MDI – 4,4'-Difenilmetano diisocianato

MPG-1,2-monopropilenoglicol

NAC- não aceitável

OCF- Espuma de um componente (*One Component Foam*)

p.e- Peso equivalente

PET- Polietileno de tereftalato

PU- Poliuretano

t_R – Tempo de retenção

TDA - Toluenodiamina

TDI – Diisocianato de tolueno

UV- Ultravioleta

UV-vis- Ultravioleta- visível

2 EH- 2-etil hexanol